

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2005年 3月10日

出 願 番 号
Application Number: 特願2005-110296

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

J P 2005-110296

出 願 人
Applicant(s): 高級アルコール工業株式会社

2006年 1月18日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

中 嶋



【書類名】	特許願
【整理番号】	KOAL-P013
【提出日】	平成17年 3月10日
【あて先】	特許庁長官 殿
【国際特許分類】	A61K 7/00
【発明者】	
【住所又は居所】	千葉県香取郡大栄町吉岡字久茂富6 4 1番地の6 高級アルコール工業株式会社内
【氏名】	武田 享一
【発明者】	
【住所又は居所】	千葉県香取郡大栄町吉岡字久茂富6 4 1番地の6 高級アルコール工業株式会社内
【氏名】	苔口 由貴
【発明者】	
【住所又は居所】	千葉県香取郡大栄町吉岡字久茂富6 4 1番地の6 高級アルコール工業株式会社内
【氏名】	吉田 麻吏
【発明者】	
【住所又は居所】	神奈川県茅ヶ崎市美住町1 5番4 1号
【氏名】	前野 清
【特許出願人】	
【識別番号】	391066319
【住所又は居所】	千葉県香取郡大栄町吉岡字久茂富6 4 1番地の6
【氏名又は名称】	高級アルコール工業株式会社
【代表者】	川合 清隆
【電話番号】	0478-73-6020
【提出物件の目録】	
【物件名】	特許請求の範囲 1
【物件名】	明細書 1
【物件名】	要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸の反応モル当量が 1.0 : 1.0 ~ 2.0 : 0.5 ~ 0.9 の比率で縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有することを特徴とする化粧料。

【請求項 2】

ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを縮合反応してエステル化合物を得、次いでこのエステル化合物とダイマー酸とを縮合反応して得られる請求項 1 に記載の化粧料。

【請求項 3】

ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを反応モル当量が 1.0 : 1.0 ~ 2.0 の比率で縮合反応してエステル化合物を得、更にこのエステル化合物とダイマー酸とを反応モル当量が 1.0 : 0.5 ~ 0.9 の比率で縮合することを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の化粧料。

【請求項 4】

ヒドロキシ化合物の粘度 (60℃) が 2,000 ~ 25,000 mPa・s、数平均分子量が 2,000 ~ 7,000、水酸基価が 30 ~ 80 の範囲にあることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の化粧料。

【書類名】明細書

【発明の名称】化粧品

【技術分野】

【0001】

本発明は、ジグリセリンとイソステアリン酸とダイマー酸とを縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有する、保存安定性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧品に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、高い粘性または粘着性などを有するダイマー酸とのエステル化合物は知られている。（特許文献1～5参照。）

しかし、これらの物質は製造工程において高い粘性となり反応が困難となることから、エステル化合物の粘性を高めることに問題が生じた。

【0003】

また、他の各種化粧品、油性基剤との相溶性または混和性に乏しく、これらのエステル化合物を含有する化粧品であってはその含有量に制限が生じ、目的の適度な粘性と粘着性、エモリエント性、保湿性などの実用特性に優れた化粧品を得ることが困難であった。

【0004】

すなわち、適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を付与する油性基剤が求められ、しかもこの化粧品の保存安定性、実用特性、皮膚安全性に優れていることが望まれていた。

【0005】

例えば、特定のトリアジン系紫外線吸収剤とトリグリセリンダイマレートイソステアレートとを含有するW/O型乳化物であるサンスクリーン組成物が開示されている。このダイマー酸を含むエステル化合物は、W/O型乳化物の乳化剤としての作用が提案されているが、他の油性基剤との相溶性に乏しい。

【0006】

また、トリグリセリン（6価のアルコール）とダイマー酸及びイソステアリン酸との縮合反応の工程では、高粘度物が生成するなど均一なエステル化合物が再現性良く得ることは困難であった。本発明に含有するヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果において明らかに相違するものである。（特許文献1参照。）

【0007】

次いで、炭素数4～22の2価アルコールとダイマー酸とのエステル化合物として、デカンジオールとダイマー酸とのエステル化合物を、また、炭素数3～22の3価以上のアルコールとダイマー酸とのエステル化合物としてグリセリンとダイマー酸とのエステル化合物が油性基剤として例示されている。

【0008】

製造工程では、高分子量のポリマー、環状ポリマーが生成し工程を制御することと、再現性良く一定の品質を得ることは困難であり、合理的な生産には問題があった。本発明に含有するヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果において明らかに相違するものである。（特許文献2参照。）

【0009】

更に、2種以上の高級アルコール（ベヘニルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、フィトステロールなど）とダイマー酸とのエステル化合物が油性基剤として提案されている。これらのエステル化合物の粘着性は少なく（ワックスタイプ）、本発明の油性基剤であるヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果が明らかに相違する。（特許文献3参照。）

【0010】

また、本願出願人は、「ダイマー酸と硬化ヒマシ油を反応して得られる、数平均分子量が2,000～8,000であるオリゴマー」を含有する化粧品を提案している。このオ

リゴマーは、製造工程における再現性及び均一な品質を得るには、その粘度（60℃）は1,000～6,000、数平均分子量は2,000～8,000、水酸基価50～95の範囲に制限されるものであり、本発明に含有するヒドロキシ化合物とはその構成及び効果が相違し満足するものではなかった。（特許文献4参照。）

【0011】

更には、ダイマー酸と2価以上のアルコールとのオリゴマーエステルを、1価のアルコール又は／及び1価のカルボン酸でエステル化したエステル、若しくは、ダイマージオールと2価以上のカルボン酸とのオリゴマーエステルを、1価のアルコール又は／及び1価のカルボン酸でエステル化したエステルを含有する油性基剤を含有する化粧料及び皮膚外用剤が提案されている。

【0012】

上記のエステルの具体例としては、次のエステルの製造方法が記載されている。ダイマー酸とダイマージオールとのオリゴマーエステルを製造した後、このオリゴマーエステルとイソステアリンアルコールでエステル化したエステル。（以下、ダイマー酸：ダイマージオール／イソステアリンアルコールと省略記載する。）

【0013】

ダイマー酸：ダイマージオール／ベヘニルアルコール、ダイマー酸：ダイマージオール／イソステアリン酸、ダイマー酸：ダイマージオール／混合アルコール（ベヘニルアルコール、イソステアリンアルコール、フィトステロール）、ダイマー酸：1,10-デカンジオール／混合アルコール（ベヘニルアルコール、フィトステロール）、ダイマー酸：ジエチレングリコール／混合アルコール（ベヘニルアルコール、フィトステロール）

【0014】

そして、これらの油性基剤の粘度（60℃）は、250～4,200mPa・s、分子量3,300～14,800、また水酸基価は3.4～18.1であることが記載されている。比較的低粘性で水酸基価も低く、粘着性に乏しいなど本発明に含有するヒドロキシ化合物とは明らかに相違する。（特許文献5参照。）

【0015】

すなわち、上記のダイマー酸を含む種々のエステル化合物は、後述のごとく本発明に含有するヒドロキシ化合物とは、その構成及び効果が明らかに相違するものである。

【0016】

- | | |
|---------|------------------------------|
| 【特許文献1】 | ドイツ国特許公報 DE 1 9 7 2 4 6 2 6 |
| 【特許文献2】 | 特開 2 0 0 2 - 2 7 5 0 2 0 号公報 |
| 【特許文献3】 | 特開 2 0 0 3 - 2 2 6 6 0 9 号公報 |
| 【特許文献4】 | 特開 2 0 0 3 - 2 3 8 3 3 2 号公報 |
| 【特許文献5】 | 特開 2 0 0 4 - 2 5 6 5 1 5 号公報 |

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0017】

解決しようとする課題は前記のごとく、適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、形状保持特性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明者等は、前述のごとく、種々のアルコール類とダイマー酸とのエステル化合物について、その有用特性に関し鋭意研究した結果、ジグリセリンとイソステアリン酸とダイマー酸とより得られるヒドロキシ化合物は、化粧料に利用する油性基剤として有用であることが認められた。すなわち、本発明に係るヒドロキシ化合物は、高い粘性と水酸基価を示しながら、他の一般に化粧料に利用される油性基剤との相溶性または混和性に優れている。

【0019】

高粘性（ペースト状）、または固型化粧料にあっては、固形化剤〔固型パラフィン、植物性ワックス（キャンデリラ、カルナバワックス、硬化ヒマシ油など）〕の含有量を低減することが可能となり、形状保持特性〔低温（５℃）～高温（４５℃）での保存状態に変化が少ない。〕と保湿性（エモリエント性）にも優れている。

【００２０】

更に、この化粧料は、適度な粘性または粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、実用特性、皮膚安全性に優れることを見出し、本発明を完成した。

【００２１】

すなわち本発明は、

- １．ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸の反応モル当量が１．０：１．０～２．０：０．５～０．９の比率で縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有することを特徴とする化粧料。
 - ２．ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを縮合反応してエステル化合物を得、次いでこのエステル化合物とダイマー酸とを縮合反応して得られる前記１に記載の化粧料。
 - ３．ヒドロキシ化合物は、ジグリセリンとイソステアリン酸とを反応モル当量が１．０：１．０～２．０の比率で縮合反応してエステル化合物を得、更にこのエステル化合物とダイマー酸とを反応モル当量が１．０：０．５～０．９の比率で縮合することを特徴とする前記１または２に記載の化粧料。
 - ４．ヒドロキシ化合物の粘度（６０℃）が２，０００～２５，０００ｍＰａ・ｓ、数平均分子量が２，０００～７，０００、水酸基価が３０～８０の範囲にあることを特徴とする前記１～３のいずれかに記載の化粧料。
- を提供する。

【発明の効果】

【００２２】

本発明に含有するヒドロキシ化合物は、種々の粘度と水酸基価の値を有することから、その特性値を適宜選択し、化粧料に含有することが可能となる。本発明は、適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、形状保持特性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料を提供するものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【００２３】

本発明で利用するジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸は、いずれも公知の原料成分であって、例えば、ジグリセリンは旭電化工業（株）製「Ｋ－ＣＯＬＩＩ」、イソステアリン酸は高級アルコール工業（株）製「イソステアリン酸ＥＸ」、またダイマー酸はユニケマ社製「ＰＲＩＰＯＬ１００９」を利用した。

【００２４】

本発明に係るヒドロキシ化合物は、ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸を１．０：１．０～２．０：０．５～０．９の比率（モル当量）で、通常の縮合反応により製造可能である。触媒としては、水酸化ナトリウム、パラトルエンスルホン酸、硫酸、塩酸、メタンスルホン酸、３フッ化硼素、フッ化水素等が適用される。好ましくは、後述のごとく本発明においては無触媒で、溶剤としてベンゼン、トルエン等を用いて反応する。また更に好ましくは、無触媒、無溶媒の条件で反応することによって、反復再現性良く、均一な品質のヒドロキシ化合物が得られ、触媒、溶剤が残存することがなく皮膚安全性に優れたヒドロキシ化合物が得られる。

【００２５】

上記製造方法は反応時間が長く掛かることがやや欠点となることから、まず、ジグリセリンとイソステアリン酸とを縮合反応し（第１工程）、次いでダイマー酸を追加し更に縮合する（第２工程）製造方法は、反応時間を短縮することが可能となり好ましい。この場合、原料成分の組成は、ジグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸の比率（モル当量）が、１．０：１．０～２．０：０．５～０．９であることが好ましい。

【0026】

ここで、第1工程のジグリセリンとイソステアリン酸の縮合物の特性は水酸基価が150～330の範囲のものが特に好ましく、これに対応するダイマー酸の所定量を用いて更に反応せしめ、目的とするヒドロキシ化合物の粘度、水酸基価を調整し製造することが容易となる。

【0027】

数平均分子量の測定法は、GPC（ゲルパーミエーションクロマトグラフィー）によるポリスチレン換算の相対分子量分布の測定であり、下記の条件による。

測定機種	東ソー(株)製 SC-8010システム
カラム	Shodex KF-800D+KF-805L ×2本
溶離液	THF
温度	カラム恒温槽 40℃
流速	1.0 mL/min
濃度	約 0.2 wt%/vol%
注入量	100 μ L
溶解性	完全溶解
検出器	示差屈折計(R1)

【0028】

以下に合成例1～9、比較合成例1～6を記載し、得られたヒドロキシ化合物の特性値は、表1に記載する。

【0029】

合成例1（触媒、溶剤あり）

攪拌装置、温度計、窒素ガス導入管及びディーンスターク水分計とコンデンサーを取り付けた1000 mLの4つ口フラスコに、ジグリセリン133 g（0.80 mol）、イソステアリン酸341 g（1.20 mol）、及びダイマー酸337 g（0.60 mol）の3成分と、溶剤としてトルエンを160 mL、触媒として水酸化ナトリウム0.32 gを仕込み、窒素を少量（10 mL/min）流しながら200～215℃に加熱し、生成水を溶剤と共に共沸させながら留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約5時間）反応を停止し、80℃まで冷却後取り出した。これに溶剤（トルエン）400 mLを添加し、粘性を低下させた後、活性白土（水澤化学（株）製ガレオンアース）を22 g添加し約80℃で30分攪拌後、濾過し、触媒を吸着除去した。この濾液をロータリーエバポレーターを使用して溶剤を除去し、目的とするヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物625 gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.5：0.75の反応モル当量比である。）

【0030】

合成例2（触媒、溶剤なし）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133 g（0.80 mol）、イソステアリン酸341 g（1.20 mol）、及びダイマー酸337 g（0.60 mol）の3成分を仕込み、窒素を50 mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約6時間）反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物767 gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.5：0.75）

【0031】

合成例3（触媒、溶剤なし）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133 g（0.80 mol）、イソステアリン酸228 g（0.80 mol）、及びダイマー酸359 g（0.64 mol）の3成分を仕込み、窒素を50 mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を

留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約6時間）反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物682gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.0：0.8）

【0032】

合成例4（触媒、溶剤なし）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133g（0.80mol）、イソステアリン酸273g（0.96mol）、及びダイマー酸269g（0.48mol）の3成分を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約6時間）反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物640gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.2：0.6）

【0033】

合成例5（触媒、溶剤あり）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133g（0.8mol）、イソステアリン酸341g（1.20mol）、溶剤としてトルエンを160mL、触媒として水酸化ナトリウム0.28gを仕込み、窒素を少量（10mL/min）流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を溶剤と共に共沸させながら留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約5時間）反応を停止し、ジグリセリンイソステアリン酸エステル、淡黄色粘性油状物452g（水酸基価：229）を得た。前記装置に、得られたエステル化合物450gとダイマー酸224g（0.40mol）を加え、更に反応を続けた。水の留出がなくなったところで（約5時間）反応を停止し、80℃まで冷却後取り出した。これに溶剤（トルエン）350mLを添加し、粘性を低下させた後、合成例1と同様の活性白土を17g添加し、約80℃で30分攪拌後、濾過して触媒を吸着除去した。この濾液をロータリーエバポレーターを用い溶剤を除去して、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物611gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.5：0.5）

【0034】

合成例6（触媒、溶剤なし）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133g（0.8mol）、イソステアリン酸341g（1.2mol）を仕込み、窒素を50mL/min流しながら200～220℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約6時間）反応を停止し、ジグリセリンイソステアリン酸エステル、淡黄色粘性油状物452g（水酸基価：232）を得た。前記装置に、得られたエステル化合物450gとダイマー酸224g（0.40mol）を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約6時間）反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物662gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.5：0.5）

【0035】

合成例7（触媒、溶剤なし）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133g（0.8mol）、イソステアリン酸432g（1.52mol）を仕込み、窒素を50mL/min流しながら200～220℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで（約6時間）反応を停止し、ジグリセリンイソステアリン酸エステル、淡黄色粘性油状物537g（水酸基価：151）を得た。前記装置に、得られたエステル化合物535gとダイマー酸224g（0.4mol）を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところ（約6時間）で反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物747gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.9：0.5）

【0036】

合成例8（触媒、溶剤なし）

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133g(0.80mol)、イソステアリン酸341g(1.2mol)を仕込み、窒素を50mL/min流しながら200~220℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約6時間)反応を停止し、ジグリセリンイソステアリン酸エステル、淡黄色粘性油状物452g(水酸基価:233)を得た。前記装置に、得られたエステル化物450gとダイマー酸291g(0.52mol)を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200~215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約6時間)反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物724gを得た。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸=1.0:1.5:0.65)

【0037】

合成例9(触媒、溶剤なし)

合成例1と同様の装置を用い、ジグリセリン133g(0.8mol)、イソステアリン酸250g(0.88mol)を仕込み、窒素を50mL/min流しながら200~220℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約6時間)反応を停止し、ジグリセリンイソステアリン酸エステル、淡黄色粘性油状物383g(水酸基価:322)を得た。前記装置に、得られたエステル化物383gとダイマー酸359g(0.64mol)を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200~215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで(約6時間)反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物703gを得た。(ジグリセリン:イソステアリン酸:ダイマー酸=1.0:1.1:0.8)

【0038】

比較合成例1(トリグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸縮合物)

合成例1と同様の装置を用い、トリグリセリン120g(0.5mol)、イソステアリン酸285g(1.0mol)を仕込み、窒素を50mL/min流しながら200~220℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで反応を停止し、トリグリセリンイソステアリン酸エステルを得た。前記装置に、得られたエステル化物387gとダイマー酸56g(0.10mol)を仕込み、窒素を50mL/min流しながら、200~215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところで反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物483gを得た。(特許文献1参照。合成例の記載なし。)

【0039】

比較合成例2(グリセリン、ダイマー酸縮合物)

攪拌機、温度計、ガス導入管を備えた500mLの反応器に、水素添加ダイマー酸(ユニケマ社製、PRIPOL1010)175.0g(0.304mol)及びグリセリン55.98g(0.608mol)を仕込み、窒素気流中220~240℃で生成する水を留去しながら3時間エステル化反応を行った。次いで未反応のグリセリンを減圧下に留去することにより、目的物であるグリセリン水素添加ダイマー酸エステル187.1gを無色高粘度油状物として得た。高粘性生成物により、攪拌は困難であった。(特許文献2参照。)

【0040】

比較合成例3(硬化ヒマシ油、ダイマー酸縮合物)

攪拌機、温度計、還流装置、窒素ガス供給ノズルを備えたガラス製5Lの4つ口フラスコに、硬化ヒマシ油(川研ファインケミカル(株)製、ヒマ硬P)2000g(1.92mol)、ダイマー酸549.6g(0.96mol)、トルエン200mL、バトールエンスルホン酸8.2gを加え、窒素気流下220℃に加熱し、酸価が2以下になるまで反応した後80℃に冷却、トルエン1000mLを追加し温水洗浄して触媒を除き、減圧下でトルエンを留去し、硬化ヒマシ油とダイマー酸とのオリゴマー2515gを得た。(特許文献4参照。)

【0041】

比較合成例4(ダイマー酸、ダイマージオール、イソステアリンアルコール)

攪拌機、温度計、ガス導入管を備えた1 Lの反応器に、水素添加ダイマー酸（ユニケマ社製、PRIPOL1006）200 g（0.348 mol）及びダイマージオール（ユニケマ社製、PRIPOL2033）137 g（0.253 mol）、ヘプタン137 g、バラトルエンスルホン酸1.3 gを仕込み、窒素気流中100～110℃で生成する水を留去しながら3時間エステル化反応を行い、中間体であるダイマー酸ダイマージオールオリゴマーエステルを得た。これにさらにイソステアリルアルコール（コグニス社製、Speziol C18 ISOC）47.9 g（0.181 mol）を仕込み、窒素気流中105～110℃で生成する水を留去しながら5時間エステル化反応を行った。冷却後、残存する触媒を水洗することにより除去し、ついで溶剤のヘプタンを回収することにより、目的のエステル355 g 淡黄色高粘度油状物として得た。（特許文献5参照。）

【0042】

比較合成例5（ジグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸縮合物）

攪拌装置、温度計、窒素ガス導入管及びディーンスターク水分計とコンデンサーを取り付けた1000 mLの4つ口フラスコに、ジグリセリン133 g（0.80 mol）、イソステアリン酸341 g（1.20 mol）、及びダイマー酸449 g（0.80 mol）の3成分を仕込み、窒素を50 mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなる前に（約2時間）、粘度が急上昇し、攪拌困難になり反応を停止した。得られたヒドロキシ化合物は、黄色ゴム状物870 gであり、取扱いが困難であった。また、溶剤（テトラヒドロフラン）にもほとんど溶解せず、得られたヒドロキシ化合物の物性測定、化学分析は実施困難であった。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.5：1.0）

【0043】

比較合成例6（ジグリセリン、イソステアリン酸、ダイマー酸縮合物）

比較合成例5と同様の装置を用い、ジグリセリン133 g（0.80 mol）、イソステアリン酸341 g（1.20 mol）、及びダイマー酸224 g（0.40 mol）の3成分を仕込み、窒素を50 mL/min流しながら、200～215℃に加熱し、生成水を留去しつつ反応させた。水の留出が無くなったところ（約6時間）で反応を停止し、ヒドロキシ化合物、淡黄色高粘性油状物662 gを得た。（ジグリセリン：イソステアリン酸：ダイマー酸＝1.0：1.5：0.4）

【0044】

表1に、合成例1～9、比較合成例1～6の特性値を記載する。

【0045】

【表1】

合成例1～9、比較合成例1～6に記載のヒドロキシ化合物の特性値

	粘度 (mPa·s、60℃)	数平均分子量	水酸基価	酸価
合成例 1	3500	4200	38.8	2.2
合成例 2	6900	5000	40.3	3.0
合成例 3	8400	5800	68.6	2.7
合成例 4	3900	3900	79.4	1.7
合成例 5	2500	2600	70.1	1.8
合成例 6	3100	3100	72.5	2.1
合成例 7	3000	2900	38.8	1.9
合成例 8	4600	4600	54.3	2.4
合成例 9	21000	6100	40.5	3.3
比較合成例 1	14900	2000	110.3	3.4
比較合成例 2	27000	2300	158.7	0.0
比較合成例 3	4400	3600	81.7	0.7
比較合成例 4	4200	14800	3.4	0.9
比較合成例 5	35000	測定困難	測定困難	測定困難
比較合成例 6	1300	1900	93.0	2.4

【0046】

試験例1 ヒドロキシ化合物の相溶性

合成例、比較合成例で得られたダイマー酸のエステル化物の相溶性試験を実施した。試験方法は、化粧品として通常利用される油性基剤（90質量％）を採用し、ダイマー酸のエステル化物類（10質量％）の各々なる混合物を80～90℃で均一に溶解した後、50℃まで攪拌冷却し、25℃の恒温室に保存した。1週間後の状態を目視により評価した。評価結果は、相溶ありは「○」、濁り、あるいはやや分離は「△」、完全分離は「×」の記号示し、表2に記載した。

【0047】

【表 2】

油性基剤	合成例 3 の エステル	合成例 7 の エステル	合成例 9 の エステル	比較合成例 1 のエステル	比較合成例 2 のエステル	比較合成例 3 のエステル
スクワラン	×	×	×	×	×	×
トリスステアリン酸ヘンタグリセリル-2	○	○	○	○	○	△
リンゴ酸ジイソステアリル	○	○	○	○	○	△
イソナフ酸イソトリデシル	○	○	○	○	△	×
エチルヘキサン酸セチル	○	○	○	○	△	×
エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	○	○	○	○	△	×
ジエチルヘキサン酸ネオヘンチルグリコール	○	○	○	△	×	×
トリエチルヘキサノイン	○	○	○	△	×	×
トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	○	○	○	△	×	×
テトラエチルヘキサン酸ヘンタエリスリチル	○	○	○	△	×	×
テトライソステアリン酸ヘンタエリスリチル	○	○	○	×	△	×

【0048】

試験例 2 ヒドロキシ化合物の抱水性（保湿性）

合成例、比較合成例で得られたダイマー酸のエステル化物の抱水性試験を実施した。35℃に保温した容器にダイマー酸のエステル化物（35℃）を10g秤量し、35℃の精製水を滴下して練りこみ、水が均一に混合出来なくなった時点で終了とした。25℃で24時間保存した後、測定した増水量と開始時の試料重量との比率を抱水量（％）として算出し、この抱水量で評価した。抱水量が300％以上のものは「◎」、200％以上300％未満のものは「○」、200％未満のものは「△」で評価結果を表示し、表3に記載した。

【0049】

【表 3】

合成例 1 の エステル	合成例 6 の エステル	合成例 8 の エステル
◎	◎	◎
比較合成例 1 の エステル	比較合成例 2 の エステル	比較合成例 4 の エステル
○	◎	△

比較合成例 2 のエステルは抱水性に優れるが、表 2 に記載のごとく他の油性基剤との相溶性に乏しい。

【0050】

試験例 3 ポリアミド樹脂との溶解性

合成例、比較合成例で得られたダイマー酸のエステル化物と増粘剤であるポリアミド樹脂（表 5 に記載）との溶解性試験を実施した。試験方法は、ダイマー酸のエステル化物類（95質量％）とポリアミド樹脂（5質量％）の各々なる混合物を90～100℃で均一に溶解した後、50℃まで攪拌冷却し、25℃の恒温室に保存した。1週間後の状態を目視により評価した。評価結果は、透明性が高いものは「○」、濁り、あるいはやや分離は「△」、完全分離は「×」の記号示し、表 4 に記載した。

【0051】

【表 4】

エステル化合物	合成例 2	合成例 4	合成例 5	比較合成例 2	比較合成例 3	比較合成例 4
ポリアミド樹脂	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド	アミド末端 ポリアミド
評価結果	○	○	○	○	×	△

エステル化合物	合成例 2	合成例 4	合成例 5	比較合成例 2	比較合成例 3	比較合成例 4
ポリアミド樹脂	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド	エステル末端 ポリアミド
評価結果	○	○	○	○	×	△

表 4 に示すように、合成例に記載されたエステル化合物は、ポリアミド樹脂との溶解性が良好で、透明な固形ゲル化合物が得られた。他の油性基剤の増粘剤（固形化剤）と比較して増粘効果に優れる。

【0052】

本発明に利用するヒドロキシ化合物は、表 3、4 に示すごとく、いずれも溶解性（混和性）に優れていることは明らかである。

【0053】

本発明の化粧料には、O/W クリーム、W/O クリーム、サンケアクリーム、シャンプー、リンス、ヘアトリートメント、ヘアワックス、リップクリーム、リップスティック、ペースト状リップグロス、固形状リップグロス、ファンデーションなどが挙げられる。

【0054】

以下に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの記載に限定されるものではなく、通常に利用される化粧料原料を本発明の目的を達成する範囲で適宜含有することが可能である。本発明に含有するヒドロキシ化合物を個々の特性を活かし選択することにより、目的に合った化粧料が容易に得られることが可能となった。

【0055】

実施例 1～13、比較例 1～13 を調製し、下記に示す評価方法にて実用特性、保存安定性、及び皮膚安全性を評価した。実施例及び比較例に使用した原料成分は、表 5 に記載した。

【0056】

【表 5】

実施例及び比較例に使用した原料成分

製品名	成分名	サプライヤー
DPG-RF	DPG	クラレ
オリーブスクワラン	スクワラン	高級アルコール工業
ICEH	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	高級アルコール工業
ベヘニルアルコール 65	ベヘニルアルコール	高級アルコール工業
NIKKOL DGMS	ステアリン酸ポリグリセリル-2	日光ケミカルズ
NIKKOL Decaglyn 1-SV	ステアリン酸ポリグリセリル-10	日光ケミカルズ
リソレックス PGL101	ラウリン酸ポリグリセリル-10	高級アルコール工業
NIKKOL SS-10	ステアリン酸ソルビタン	日光ケミカルズ
TSF451-100A	ジメチコン	東芝シリコン
ジオール PD	ペンチレングリコール	高級アルコール工業
トリオール VE	グリセリン	高級アルコール工業
アミソフト HS-11(P)	ステアロイルグルタミン酸Na	味の素
KELTROL T	キサンタンガム	三晶
カーボボール ETD2050	カルボマー	日光ケミカルズ
リソレックス PGIS21	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	高級アルコール工業
リソレックス PGIS32	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	高級アルコール工業
リソレックス PGIS101	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	高級アルコール工業
KAK NDO	ジェチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	高級アルコール工業
レオパール TT	(パルミチン酸/エチルヘキサン酸)デキストリン	千葉製粉
精製マイクロクリスタリンワックス	マイクロクリスタリンワックス	日興リカ
MT-100TV	酸化チタン、水酸化アルミニウム、ステアリン酸	テイカ
エコオイル RS	ホホバ油	高級アルコール工業
リソレックス PGIS23	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	高級アルコール工業
リソカスタ MIS	イソステアリン酸水添ヒマシ油	高級アルコール工業
ポエム V-100	ステアリン酸グリセリル	理研ビタミン
アムレプス PC	パルミチン酸セチル	高級アルコール工業
セトステアリルアルコール	セトステアリルアルコール	高級アルコール工業
アーカード 22-80	ベヘントリモニウムクロリド	ライオン
カチオン DS	クオタニウム-18	三洋化成工業
エマレックス 606	ステアレス-6	日本エマルジョン
エマレックス 603	ステアレス-3	日本エマルジョン
メトローズ 60SH-4000	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	信越化学工業
リポフロ- MN	ポリクオタニウム-7	ライオン
プロモイス シルク-1000Q	加水分解シルク	成和化成
BY22-029	高重合メチルポリシロキサン(1)	東レ・ダウコーニング・シリコン
ネオライト 200P	ネオペンタン酸オクチルドデシル	高級アルコール工業
KAK TTI	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	高級アルコール工業
セレシン SP1020	セレシン	伊那貿易商会
ポリワックス 500	ポリエチレン	東洋ベトロライト

製品名	成分名	サプライヤー
ハイマレート DIS	リンゴ酸ジイソステアリル	高級アルコール工業
イーミックス-O	トコフェロール	エーザイ
NPDC	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	高級アルコール工業
KAK PTI	テトライソステアリン酸ペンタエリスリチル	高級アルコール工業
CANDELILLA WAX SP-75	キャンデリラワックス	STRAHL & PITSCHE INC.
タイペーク CR-30	酸化チタン	石原産業
ベンガラ	酸化鉄	呉日化成
赤色226号	赤226	呉日化成
Timiron MP-115	酸化チタン、マイカ	メルクジャパン
カチナール HC-100	ポリグオタニウム-10	東邦化学工業
オバソリン LB-SF	ラウリルベタイン、水	東邦化学工業
アミゾール CDE	ココミドDEA	川研ファインケミカル
エルファコス GT 282S	セチアレス-60ミリスチルグリコール	ライオン
ネオスコープ CN-30SF	ココイルメチルタウリンNa、水	東邦化学工業
アルスコープ TH-330	ラウレス硫酸Na、水	東邦化学工業
GENAPOL PMS	ジステアリン酸グリコール	クラリアントジャパン
カチナール MPAS	ステアラミドプロピルベタイン	東邦化学工業
NIPAGIN M	メチルパラベン	クラリアントジャパン
ハイソルブ EPH	フェノキシエタノール	東邦化学工業
SH245	シクロメチコン	東レ・ダウコーニング・シリコーン
J-68-NHS	タルク	米国 US Cosmetics
NHS-TRI-77891	酸化チタン	米国 US Cosmetics
NHS-Y-77492	酸化鉄 (黄酸化鉄)	米国 US Cosmetics
NHS-R-77491	酸化鉄 (赤酸化鉄)	米国 US Cosmetics
NHS-B-77499	酸化鉄 (黒酸化鉄)	米国 US Cosmetics
ESCALOL 557	メキシケイ化酸オクチル	ISP Technologies
CEH	エチルヘキサン酸セチル	高級アルコール工業
赤色201号	赤201	呉日化成
赤色202号	赤202	呉日化成
青色1号	青1	呉日化成
Sylvaclear A200V	アミド末端ポリアミド	米国 ArizonaCHEMICAL
KAK 139	イソノナン酸イソトリデシル	高級アルコール工業
DCグリッターゴールド	(PET/Al/エポキシ樹脂)ラミネート、酸化鉄	ダイヤケムコ
黄色5号	黄5	呉日化成
Uniclear 100VG	エステル末端ポリアミド	米国 ArizonaCHEMICAL
KAK PTO	テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル	高級アルコール工業
KAK TTO	トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	高級アルコール工業

【0057】

評価方法

< 1 > 実用特性

被試験者男子10名、女子10名、合計20名によって、10日間で5回、各々の実施例、比較例を使用し評価した。塗布時の「油性感」、「粘着性」、「エモリエント性」などの各々の評価項目に対して化粧料の、良好－普通－悪い、との評価を最大点5から最小点0で示し、評価点の平均値が、

3.5～5.0→「○」

2.5～3.4→「△」

0～2.4→「×」

の記号でそれぞれ記載した。

< 2 > 保存安定性

実施例及び比較例を45℃の恒温室に3ヶ月間保存した後、また、-5℃と45℃を往復する恒温室に5回往復する期間保存した後に、固形物では発汗、変色、乳化物では乳化状態（分離の有無）、液状物では分離、着色などの外観を観察した。評価結果は、異常が認められない場合を良好とし「○」で示し、やや異常が認められる場合で実用上問題がない場合は「△」で示し、異常が認められる場合を不良とし「×」で示した。

< 3 > 皮膚安全性

被試験者男子10名、女子10名、合計20名の前腕屈側部皮膚に、試料0.05gを、直径1.0cmのリント布の付いた円型パッチテスト用絆創膏を用いて24時間閉塞貼布する。絆創膏除去1時間後及び24時間後の被試験者20名の皮膚状態を、下記の評価基準に従い判定評価する。評価には、絆創膏除去1時間後及び24時間後のうち、反応の強いほうを採用することとし、（－）が20名のときは「○」、（±）が1～2名のときは「△」、（±）が3名以上または（＋）～（＋＋＋）が1名以上の場合は「×」で示した。尚、シャンプー、リンス、ヘアトリートメントは、0.5%の水溶液を試料とした。

（評価基準）

（皮膚状態）

（評価）

紅斑、浮腫、水疱 : (＋＋＋)

紅斑、浮腫 : (＋＋)

紅斑 : (＋)

軽微な紅斑 : (±)

無紅斑、無浮腫 : (－)

【実施例】

【0058】

実施例1 スキンクリーム（O/W型）

A成分、B成分を各々75～80℃に均一に溶解した後、B成分をA成分に攪拌しながら加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。その後、攪拌しながら30℃まで冷却する。

原料成分			%
(A)	1	DPG	10.00
	2	スクワラン	8.00
	3	合成例 1 のヒドロキシ化合物	2.00
	4	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	7.00
	5	ベヘニルアルコール	1.50
	6	ステアリン酸ポリグリセリル-2	1.50
	7	ステアリン酸ポリグリセリル-10	1.50
	8	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
	9	ステアリン酸ソルビタン	1.00
	10	ジメチコン	0.30
	11	ペンチレングリコール	2.50
(B)	12	グリセリン	5.00
	13	ステアロイルグルタミン酸Na	0.40
	14	キサンタンガム	0.20
	15	カルボマー	0.20
	16	精製水	残量
	17	水酸化K	0.05

【0059】

比較例 1 スキンクリーム（O/W型）

実施例 1 の成分である合成例 1 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 6 を用いる他は、実施例 1 と同様にしてスキンクリームを調製した。

（評価）

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 1	○	○	○
比較例 1	△	△	○

実施例 1 のスキンクリームは適度な油性感が得られ、良好な評価を示したが、比較例 1 のスキンクリームはベタツキ感があり、保存安定性に劣るものであった。

【0060】

実施例 2 エモリエントクリーム（W/O型）

A 成分、B 成分、C 成分を各々 75～80℃に均一に溶解した後、B 成分を A 成分に攪拌しながら加入し（ゲル相）、続いてゲル相に C 成分を攪拌しながら徐々に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。その後、攪拌しながら 30℃まで冷却する。

原料成分			%
(A)	1	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.20
	2	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	2.40
	3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.60
	4	スクワラン	8.00
	5	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	7.00
	6	合成例 1 のヒドロキシ化合物	2.00
	7	(パルミチン酸／エチルヘキサン酸)デキストリン	0.50
	8	マイクロクリスタリンワックス	4.00
(B)	9	グリセリン	8.00
	10	精製水	3.00
(C)	11	ペンチレングリコール	3.00
	12	精製水	残量

【0061】

比較例 2 エモリエントクリーム（W／O型）

実施例 2 の成分である合成例 1 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 1 を用いる他は、実施例 2 と同様にしてエモリエントクリームを調製した。

（評価）

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 2	○	○	○
比較例 2	△	△	○

実施例 2 のエモリエントクリームでは、適度な油性感が得られ、良好な結果を示したが、比較例 2 のエモリエントクリームはベタツキ感があり、保存安定性に劣るものであった。

【0062】

実施例 3 サンクリーム（W／O型）

予め、ホモミキサーを用いて成分 9 を成分 5、6 に分散させ、A 成分、B 成分、C 成分を各々 75～80℃に均一に溶解する。続いて、B 成分を A 成分に攪拌しながら加入し（ゲル相）、続いてゲル相に C 成分を攪拌しながら徐々に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。その後、攪拌しながら 30℃まで冷却する。

原料成分			％
(A)	1	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.20
	2	ジイソステアリン酸ポリグリセリル-3	2.50
	3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.20
	4	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.30
	5	スクワラン	8.00
	6	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	8.00
	7	合成例 2 のヒドロキシ化合物	1.00
	8	(パルミチン酸／エチルヘキサン酸)デキストリン	0.50
	9	シリコーン処理微粒子酸化チタン	9.00
	10	マイクロクリスタリンワックス	1.00
(B)	11	グリセリン	10.00
	12	精製水	4.00
(C)	13	ペンチレングリコール	3.00
	14	精製水	残量

【0063】

比較例 3 サンククリーム (W/O 型)

実施例 3 の成分である合成例 2 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 2 を用いる他は、実施例 3 と同様にしてサンククリーム W/O を調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 3	○	○	○
比較例 3	△	○	○

実施例 3 のサンククリームは、延びが良く、塗布時にはサッパリした感触が得られるが、比較例 3 のサンククリームは、皮膚に塗布した際に重く、ベタツキ感があるなどの欠点が見られた。

【0064】

実施例 4 ヘアトリートメント

A 相、B 相、C 相の各成分を各々 75～80℃に加熱して均一に溶解し、攪拌しながら B 相を A 相に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。更に、攪拌しながら先の (A+B) 相に C 相を加え、30℃まで冷却する。

原料成分			%
(A)	1	ホホバ油	1.00
	2	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	3.00
	3	ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
	4	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	2.00
	5	イソステアリン酸水添ヒマシ油	1.00
	6	合成例 7 のヒドロキシ化合物	2.00
	7	ステアリン酸グリセリル	1.00
	8	パルミチン酸セチル	0.50
	9	セトステアリルアルコール	4.40
	10	ベヘニルアルコール	1.10
	11	ベヘントリモニウムクロリド	2.70
	12	クオタニウム-18	0.40
	13	DPG	2.00
	14	ステアレス-6	1.50
	15	ステアレス-3	1.50
	16	ジメチコン	1.00
(B)	17	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.30
	18	ペンチレングリコール	3.00
	19	ポリクオタニウム-7	1.00
	20	精製水	残量
	21	加水分解シルク	0.01
(C)	22	高重合メチルポリシロキサン(1)	1.00

【0065】

比較例 4 ヘアトリートメント

実施例 4 の成分である合成例 7 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 3 を用いる他は、実施例 4 と同様にしてヘアトリートメントを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 4	○	○	○
比較例 4	△	○	○

実施例 4 のヘアトリートメントは、洗髪後の毛髪に適度な油性感を与え、ゴワツキもみられなかった。一方、比較例 4 のヘアトリートメントは、残存する油剤が高い粘着性を示し、毛髪に違和感を生じた。

【0066】

実施例 5 リップクリーム

全成分を 95～100℃に均一溶解し、脱泡した後、金型に流し込み冷却してリップクリームを調製した。

	原料成分	%
1	合成例 4 のヒドロキシ化合物	17.00
2	ネオペンタン酸オクチルドデシル	24.00
3	トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン	22.99
4	マイクロクリスタリンワックス (融点: 78℃)	4.00
5	セレシン (融点: 73~76℃)	6.00
6	ポリエチレン (融点: 88℃)	5.00
7	リンゴ酸ジイソステアリル	15.00
8	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	6.00
9	トコフェロール	0.01

【0067】

比較例 5 リップクリーム

実施例 5 の成分である合成例 4 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 2 を用いる他は、実施例 5 と同様にしてリップクリームを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 5	○	○	○
比較例 5	△	△	○

実施例 5 のリップクリームは、塗布時の延びが良く滑らかな感触であり、5℃、25℃、35℃の各々の温度で保存したときの硬度変化が少なく（5℃での硬度：0.35 N、25℃での硬度：0.25 N、35℃での硬度：0.18 N）、形状保持特性に優れるものであった。比較例 5 のリップクリームは、発汗を生じ、保存安定性に劣るものであった。また、温度変化による硬度変化が大きく（5℃での硬度：0.65 N、25℃での硬度：0.22 N、35℃での硬度：0.08 N）、塗布時には延びが悪く、ベタツキ感が生じるなどの欠点が見られた。

【0068】

実施例 6 リップスティック

予め、成分 7、成分 9～成分 11 は、3 本ローラーにて均一に分散し、残りの全成分と前記分散物を 95～100℃に均一溶解し、脱泡した後、金型に流し込み冷却してリップスティックを調製した。

	原料成分	%
1	合成例 3 のヒドロキシ化合物	18.00
2	ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	22.79
3	トリイソステアリン酸ペンタエリスリチル	19.00
4	マイクロクリスタリンワックス (融点: 78℃)	5.50
5	キャンデリラワックス (融点: 68~74℃)	5.80
6	ポリエチレン (融点: 88℃)	5.70
7	リンゴ酸ジイソステアリル	10.00
8	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	6.00
9	酸化チタン	1.00
10	酸化鉄 [ベンガラ]	1.20
11	赤色226号	0.20
12	酸化チタン、マイカ [酸化チタン被覆雲母]	4.80
13	トコフェロール	0.01

【0069】

比較例 6 リップスティック

実施例 6 の成分である合成例 3 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 4 を用いる他は、実施例 6 と同様にしてリップスティックを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 6	○	○	○
比較例 6	△	○	○

実施例 6 のリップスティックは、唇に塗布した際に伸びが良く、5℃、25℃、35℃の各々の温度で保存したときの硬度変化が少なく（5℃での硬度：0.44 N、25℃での硬度：0.32 N、35℃での硬度：0.15 N）、形状保持特性に優れるものであった。比較例 6 のリップスティックは塗布時の伸びが悪く、使用感に劣るものであった。また、温度変化による硬度変化が大きかった。（5℃での硬度：0.59 N、25℃での硬度：0.23 N、35℃での硬度：0.06 N）

【0070】

実施例 7 コンディショニングシャンプー

予め、合成例 5 のエステル化物と成分 3~4 を加熱溶解して加入する他は、通常の製法で、全成分を 75~80℃で加熱均一にし、溶解分散した後 30℃まで冷却する。

	原料成分	%
1	ポリクオタニウム-10	1.00
2	精製水	残量
3	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	1.5
4	ラウリン酸ポリグリセリル-10	1.0
5	合成例 9 のヒドロキシ化合物	0.5
6	ラウリルベタイン (30%水溶液)	10.0
7	コカミドDEA	4.0
8	ラウリルジメチルアミノオキシド (30%水溶液)	1.0
9	セチアレス-60 ミリスチルグリコール	2.0
10	ココイルメチルタウリンNa (30%水溶液)	27.0
11	ラウレス硫酸Na (30%水溶液)	23.0
12	ジステアリン酸グリコール	2.0
13	ペンチレングリコール	3.0
14	ステアラミドプロピルジメチルアミン	0.3
15	クエン酸 (10%水溶液)	3.5
16	高重合メチルポリシロキサン(1)	0.3

【0071】

比較例 7 コンディショニングシャンプー

実施例 7 の成分である合成例 9 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 3 を用いる他は、実施例 7 と同様にしてコンディショニングシャンプーを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 7	○	○	○
比較例 7	△	○	○

実施例 7 のシャンプーは、洗髪後の毛髪に適度な油性感を与え、ゴワツキもみられなかった。一方、比較例 7 のヘアトリートメントは、残存する油剤が高い粘着性を示し、毛髪に違和感を生じた。

【0072】

実施例 8 リンス

A 相、B 相、C 相の各成分を各々 75～80℃に加熱して均一に溶解し、攪拌しながら B 相を A 相に加入し、ホモミキサーによる乳化を行う。更に、攪拌しながら先の (A+B) 相に C 相を加え、30℃まで冷却する。

	成分	%
(A)	1 ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	1.00
	2 ラウリン酸ポリグリセリル-10	0.50
	3 トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	1.00
	4 合成例 7 のヒドロキシ化合物	1.00
	5 ステアリン酸グリセリル	1.00
	6 パルミチン酸セチル	0.50
	7 セトステアリルアルコール	1.60
	8 ベヘニルアルコール	0.40
	9 ベヘントリモニウムクロリド	2.70
	10 クオタニウム-18	0.30
	11 DPG	2.00
	12 ステアレス-3	1.30
	13 ステアレス-6	1.80
(B)	14 ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.40
	15 DPG	1.25
	16 メチルパラベン	0.11
	17 フェノキシエタノール	0.50
	18 ポリクオタニウム-7	1.00
	19 精製水	残量
	20 加水分解シルク	0.01
(C)	21 高重合メチルポリシロキサン(1)	0.30
	22 クエン酸 (10%水溶液)	0.10
	23 クエン酸Na (10%水溶液)	0.40

【0073】

比較例 8 リンス

実施例 8 の成分である合成例 7 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 6 を用いる他は、実施例 8 と同様にしてリンスを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 8	○	○	○
比較例 8	△	○	○

実施例 8 のリンスは、洗髪後の毛髪に適度な油性感を与え、ゴワツキもみられなかった。一方、比較例 8 のリンスは、洗髪後の櫛通りが悪く、毛髪が櫛に引っかかるなどの欠点が見られた。

【0074】

実施例 9 ファンデーション

成分 1 ～成分 5、成分 11 ～成分 12 を 90℃で溶解した後、ホモディスパーによる攪

拌を行いながら、成分 6 ～成分 10 を加えて均一分散させる。脱泡し、75℃付近で金皿等に流し込み成型する。

	原料成分	%
1	合成例 6 のヒドロキシ化合物	3.00
2	ポリエチレンワックス (融点: 88℃)	5.00
3	セレシン (融点: 73～76℃)	8.00
4	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	残量
5	シクロメチコン	10.00
6	タルク	6.00
7	酸化チタン	10.00
8	酸化鉄 [赤酸化鉄]	1.50
9	酸化鉄 [黄酸化鉄]	3.00
10	酸化鉄 [黒酸化鉄]	1.50
11	メトキシケイヒ酸オクチル	2.00
12	トコフェロール	0.05

【0075】

比較例 9 ファンデーション

実施例 9 の成分である合成例 6 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 3 を用いる他は、実施例 9 と同様にしてファンデーションを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 9	○	○	○
比較例 9	△	○	○

実施例 9 のファンデーションは、皮膚に塗布した際にベタツキ感がなく、使用性に優れていたが、比較例 9 のファンデーションは、塗布後にベタツキ感が見られ使用性に劣るものであった。

【0076】

実施例 10 ヘアワックス

A 相、B 相の各成分を各々 75～80℃に加熱して均一溶解し、攪拌しながら A 相を B 相に加入し、ホモミキサーによる乳化を行い、30℃まで冷却する。

原料成分			%
(A)	1	合成例 8 のヒドロキシ化合物	3.0
	2	ジエチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール	5.1
	3	セレシン	3.9
	4	キャンデリラワックス	5.2
	5	イソステアリン酸ポリグリセリル-2	2.2
	6	イソステアリン酸ポリグリセリル-10	3.8
	7	ジメチコン	2.0
	8	シクロメチコン	1.0
	9	ベヘニルアルコール	2.7
	10	ステアリン酸グリセリル	2.7
	11	ペンチレングリコール	3.0
	12	ステアレス-6	1.0
(B)	13	ステアロイルグルタミン酸Na	0.6
	14	ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.6
	15	精製水	残量

【 0 0 7 7 】

比較例 1 0 ヘアワックス

実施例 1 0 の成分である合成例 8 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 1 を用いる
他は、実施例 1 0 と同様にしてヘアワックスを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	10	○	○	○
比較例	10	△	○	○

実施例 1 0 のヘアワックスは、塗布時に毛髪に適度な油性感を与え、毛髪のセット効果も高かった。一方、比較例 5 のヘアワックスは、塗布時にベタツキ感が感じられ、また櫛通りが悪い欠点が見られた。

【 0 0 7 8 】

実施例 1 1 ベースト状リップグロス

成分 1 ～ 5 を 7 0 ～ 8 0 ℃ に均一溶解し、更に、成分 6 ～ 9 を加え、均一混合する。 3 0 ℃ まで冷却し、適当な容器に充填し、ベースト状リップグロスを得た。

	原料成分	%
1	合成例 9 のヒドロキシ化合物	40.00
2	トリイソステアリン酸ペンタエリスリチル	35.00
3	エチルヘキサン酸セチル	3.00
4	リンゴ酸ジイソステアリル	13.77
5	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	5.00
6	酸化チタン	1.50
7	酸化鉄 [ベンガラ]	1.50
8	赤色201号	0.10
9	赤色202号	0.08
10	青色1号	0.05

【0079】

比較例 11 ベースト状リップグロス

実施例 11 の成分である合成例 9 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 2 を用いる他は、実施例 11 と同様にしてベースト状リップグロスを調製した。

(評価)

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 11	○	○	○
比較例 11	△	△	○

実施例 11 のベースト状リップグロスは、唇に適度な被膜感を与え、延びが良くベタツキも少なく、温度変化による硬度変化が少ない。(5℃での粘度: 5400 mPa・s、25℃での粘度: 3200 mPa・s、35℃での粘度: 2800 mPa・s) 一方、比較例 11 のリップグロスは、唇に塗布した際にベタツキ感を生じ、使用性に劣るものであった。また、温度変化による硬度変化が大きい。(5℃での粘度: 7200 mPa・s、25℃での粘度: 2800 mPa・s、35℃での粘度: 1900 mPa・s)

【0080】

実施例 12 リップグロス (パレットタイプ)

成分 1~6 を 90~100℃に均一溶解し、更に、成分 7~9 を加え、均一混合する。その後、皿状の容器に流し込み 30℃まで冷却してパレットタイプのリップグロスを得た。

	原料成分	%
1	合成例 3 のヒドロキシ化合物	25.00
2	アミド末端ポリアミド	6.00
3	エチルヘキサン酸ヘキシルデシル	36.50
4	イソノナン酸イソトリデシル	8.00
5	リンゴ酸ジイソステアリル	15.00
6	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	6.00
7	合成金雲母	3.00
8	赤色201号	0.20
9	黄色5号	0.30

【0081】

比較例 12 リップグロス（パレットタイプ）

実施例 12 の成分である合成例 3 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 4 を用いる他は、実施例 12 と同様にしてパレットタイプのリップグロスを調製した。

（評価）

	実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例 12	○	○	○
比較例 12	△	○	○

実施例 12 のパレットタイプのリップグロスは、唇に適度な被膜感を与え、延びが良くベタツキも少ない。一方、比較例 12 のリップグロスは、唇に塗布した際に被膜感が少なく、使用性に劣るものであった。

【0082】

実施例 13 リップグロス（パレットタイプ）

成分 1～6 を 90～100℃に均一溶解し、更に、成分 7～9 を加え、均一混合する。その後、皿状の容器に流し込み 30℃まで冷却してパレットタイプのリップグロスを得た。

	原料成分	%
1	合成例 5 のヒドロキシ化合物	38.50
2	エステル末端ポリアミド	4.00
3	テトラエチルヘキサン酸ペンタエリスリチル	25.00
4	トリエチルヘキサン酸トリメチロールプロパン	10.00
5	リンゴ酸ジイソステアリル	12.00
6	トリイソステアリン酸ポリグリセリル-2	5.00
7	(PET/Al/エポキシ樹脂)ラミネート、酸化鉄	5.00
8	赤色201号	0.20
9	黄色5号	0.30

【0083】

比較例 13 リップグロス（パレットタイプ）

実施例 13 の成分である合成例 5 のヒドロキシ化合物に替えて、比較合成例 6 を用いる他は、実施例 13 と同様にしてパレットタイプのリップグロスを調製した。

(評価)

		実用特性	保存安定性	皮膚安全性
実施例	13	○	○	○
比較例	13	△	○	○

実施例 13 のパレットタイプのリップグロスは、唇に適度な被膜感を与え、延びが良くベタツキも少ない。一方、比較例 13 のリップグロスは、唇に塗布した際に被膜感が少なく、使用性に劣るものであった。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 適度な粘性と粘着性、エモリエント性、または保湿性を具備し、保存安定性、形状保持特性、実用特性、皮膚安全性に優れた化粧料を提供することを目的とする。

【解決手段】 ジグリセリン、イソステアリン酸、及びダイマー酸の反応モル当量が1.0 : 1.0 ~ 2.0 : 0.5 ~ 0.9の比率で縮合反応して得られるヒドロキシ化合物を含有することを特徴とする化粧料である。

【選択図】 なし

出願人履歴

3 9 1 0 6 6 3 1 9

19911202

新規登録

千葉県香取郡大栄町吉岡字久茂富 6 4 1 番地の 6
高級アルコール工業株式会社